

Process for reducing the fibrillability of solution-spun cellulose fibres

Patent number: DE4312219
Publication date: 1994-10-20
Inventor: KNOBELSDORF CARMEN (DE); MIECK KLAUS-PETER DR (DE); NECHWATAL AXEL (DE)
Applicant: THUERINGISCHE INST TEXTIL (DE)
Classification:
- **International:** D01F11/02; D06M11/61; D06B7/08; D06B15/00;
D01D5/42; D06M15/423
- **European:** D01F2/00; D01F11/02; D06M11/61
Application number: DE19934312219 19930414
Priority number(s): DE19934312219 19930414

[Report a data error here](#)

Abstract of DE4312219

Solution-spun cellulose fibres combine an otherwise excellent level of properties with a high fibrillability and hence restricted usability in the textile sector. By treating such cellulose fibres with liquid ammonia, which may include suitable substances, and an appropriate aftertreatment it is possible to reduce the fibrillability distinctly.

Data supplied from the **esp@cenet** database - Worldwide



⑯ BUNDESREPUBLIK
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES
PATENTAMT

⑯ ⑫ Offenlegungsschrift
⑯ ⑯ DE 43 12 219 A 1

⑯ Int. Cl. 5:
D 01 F 11/02
D 06 M 11/61
D 06 B 7/08
D 06 B 15/00
// D01D 5/42, D06M
15/423

⑯ ⑯ Aktenzeichen: P 43 12 219.1
⑯ ⑯ Anmeldetag: 14. 4. 93
⑯ ⑯ Offenlegungstag: 20. 10. 94

⑯ ⑯ Anmelder:
Thüringisches Institut für Textil- und
Kunststoff-Forschung eV, 07407 Rudolstadt, DE

⑯ ⑯ Erfinder:
Knobelsdorf, Carmen, O-6800 Saalfeld, DE; Mieck,
Klaus-Peter, Dr., O-6820 Rudolstadt, DE; Nechwatal,
Axel, O-6823 Bad Blankenburg, DE

⑯ ⑯ Verfahren zur Reduzierung der Fibrillierbarkeit von lösungsgesponnenen Cellulosefasern

⑯ ⑯ Lösungsgesponnene Cellulosefasern weisen neben ansonsten hervorragendem Eigenschaftsniveau eine hohe Fibrillierbarkeit und damit eingeschränkte Anwendbarkeit im textilen Bereich auf. Durch die Behandlung solcher Cellulosefasern mit flüssigem Ammoniak, dem geeignete Substanzen beigemischt sein können, und entsprechender Nachbehandlung lässt sich die Fibrillierbarkeit deutlich senken.

DE 43 12 219 A 1

Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen

BUNDESDRUCKEREI 08. 94 408 042/157

3/35

DE 43 12 219 A 1

Beschreibung

Die Erfindung bezieht sich auf die Reduzierung der Fibrillierbarkeit von lösungsgesponnenen Cellulosefasern. Insbesondere bezieht sich die Erfindung auf eine dem Spinnprozeß nachgeschaltete Faserbehandlung.

5 In den letzten Jahren gelang es, das NMMNO-Verfahren zur Produktionsreife zu bringen. Nach diesem Verfahren wird Zellstoff in N-Methylmorpholin-N-oxid ohne zusätzliche Chemikalien gelöst und in ein wäßriges Bad versponnen. Das Lösungsmittel kann zu fast 100% zurückgewonnen werden, damit ist das neue Verfahren dem Viskoseprozeß in ökologischer Hinsicht weit überlegen. Die hergestellten Cellulosefasern zeichnen sich durch hohe Festigkeit und hohen Naßmodul sowie große Farbstoffaufnahme aus, der optimale Tragecomfort bleibt erhalten.

10 Der wesentliche Nachteil dieser Fasern besteht in ihrer starken Fibrillierbarkeit, der die Verwendung auf textillem Gebiet stark einschränkt. Als Ursache der geringen Scheuerbeständigkeit wird eine unzureichende Bindung zwischen den hochkristallinen Elementarfibrillen in der Cellulosefaser vermutet. Die Erhöhung der Scheuerbeständigkeit durch einen modifizierten Spinnprozeß oder andere Maßnahmen gelang bisher nicht.

15 Bekannt ist, daß durch die Einwirkung von flüssigem Ammoniak auf Cellulosefasern eine Reihe günstiger Effekte, die denen der Mercerisation ähneln, erzielt werden können. Diese Art von Veredelungsprozeß geht auf das Prograde-Verfahren der Firma J. & P. Coats Ltd., Paisley, Schottland (GB PS 1136417 v. 2. 12. 66, GB PS 1084612 v. 27. 9. 67, GB PS 1141016 v. 27. 1. 69, US PS 3724243 v. 7. 5. 71) und auf das Sanfor-Set-Verfahren der Sanforized Company aus den 60er Jahren zurück. Die Behandlung erfolgt in diesen Anlagen so, daß Gewebe mit flüssigem Ammoniak getränkt, dann thermisch und anschließend mit Dampf vom Ammoniak wieder befreit wird. Die gewünschten Effekte dieses Verfahrens bestehen unter anderem in einer verbesserten Dimensionsstabilität, verbessertem Griff und einem geringen Harzeinsatz bei der Hochveredlung. An mit flüssigem Ammoniak behandelten Garnen sind darüber hinaus Erhöhungen der Reißfestigkeit und geringere Reißfestigkeitsverluste durch die Hochveredlung zu beobachten. Die gegenüber der konventionellen Mercerisation günstigere Wirkung beruht darauf, daß die kleinen Ammoniakmoleküle schnell und gleichmäßig in die Cellulosefasern eindringen und nicht nur eine Quellung der interfibrillären, sondern auch der intrafibrillären Bereiche verursachen.

20 Eine Anwendung von flüssigem Ammoniak zur Verringerung der Sprödigkeit von lösungsgesponnenen Cellulosefasern ist bisher nicht bekannt.

25 Ziel der Erfindung ist, die lösungsgesponnenen Cellulosefasern derart zu behandeln, daß der entscheidende Nachteil ihrer hohen Kristallinität, nämlich die Fibrillierbarkeit in gequollenem Zustand, beseitigt wird, ohne die Vorteile, die aus der hohen Kristallinität der Fasern (ausgezeichnetes Reißfestigkeits- und Naßmodulniveau) resultieren, zu beeinflussen.

30 Die Aufgabe wird erfunderisch dadurch gelöst, daß die Cellulosefasern eine definierte Zeit flüssigem Ammoniak ausgesetzt werden. Der Ammoniak kann rein sein oder bestimmte geeignete Substanzen enthalten. Weiterhin besteht die Möglichkeit, die Cellulosefasern nach der Nachbehandlung einer Prozedur zu unterziehen, die einen zusätzlichen sprödigkeitsverringernenden Effekt bewirkt. Bei einer derartigen Vorgehensweise läßt sich die Fibrillierbarkeit entscheidend verbessern, ohne die anderen textilphysikalischen Parameter zu beeinflussen.

35 Die Erfindung kann genutzt werden, dem ökologisch günstigen Lösungsspinngesprächen für Cellulosefasern neue textile Anwendungsbereiche zu erschließen.

40 Die nachfolgenden Beispiele enthalten Möglichkeiten der Behandlung mit flüssigem Ammoniak und geeigneten Substanzen.

1. Beispiel

45 Behandlung mit flüssigem Ammoniak ohne zusätzliche Substanzen

Die nach dem NMMNO-Verfahren ersponnenen Fasern werden zehn Sekunden lang flüssigem Ammoniak bei einer Temperatur von -40°C ausgesetzt und anschließend mit heißem Wasser so lange gespült, bis auf den Fasern kein Ammoniak mehr nachzuweisen ist.

50

55

60

65

Prüfwerke	vor	nach
	der Ammoniakbehandlung	
Reißfestigkeit (mN/tex)	387	363
Reißdehnung (%)	14	13
Naßmodul (mN/tex)	2626	2298
Schlingenfestigkeit (mN/tex)	181	160
Scheuerbeständig- keit bis zum Bruch (%)	100	153

5
10
15
20
25

2. Beispiel

Behandlung mit flüssigem Ammoniak und einem vernetzenden Harz

30

Nach dem NMMNO-Verfahren ersponnene, dann zehn Sekunden lang mit Ammoniak behandelte und anschließend ausgewaschene Cellulosefasern werden 60 Minuten bei 40°C mit einer wässrigen Lösung eines Melamin/Carbamid-Vernetzer behandelt, getrocknet und dann 5 min bei 150°C vernetzt.

35
40
45
50
55
60

Prüfwerke	vor	nach
	der Ammoniakbehandlung	
Reißfestigkeit (mN/tex)	387	372
Reißdehnung (%)	14	12
Naßmodul (mN/tex)	2626	2314
Schlingenfestigkeit (mN/tex)	181	130
Scheuerbeständig- keit bis zum Bruch (%)	100	187

Patentansprüche

1. Verfahren zur Reduzierung der Fibrillierbarkeit von lösungsgesponnenen Cellulosefasern, dadurch gekennzeichnet, daß die aus einem Lösungsmittel ersponnenen Cellulosefasern flüssigem Ammoniak mit oder ohne Zusätze, insbesondere cellulosevernetzenden Substanzen, ausgesetzt, der Ammoniak entfernt und die Fasern einer Nachbehandlung unterzogen werden.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß im flüssigen Ammoniak cellulosevernetzende Substanzen gelöst sind.

65

3. Verfahren nach Anspruch 1 bis 2, dadurch gekennzeichnet, daß der Ammoniak aus der Faser thermisch entfernt wird.

4. Verfahren nach Anspruch 1 bis 2, dadurch gekennzeichnet, daß der Ammoniak aus der Faser durch Auswaschen mit Wasser entfernt wird.

5. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der Ammoniak aus der Faser ausgewaschen oder thermisch entfernt und die ausgewaschene oder thermisch behandelte Faser anschließend mit einer cellulosevernetzenden Substanz vernetzt wird.

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65